

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2003年 4月21日
Date of Application:

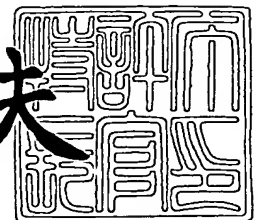
出願番号 特願2003-115825
Application Number:
[ST. 10/C]: [JP 2003-115825]

出願人 信越石英株式会社
Applicant(s):

2004年 1月30日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



出証番号 出証特2004-3004839

【書類名】 特許願

【整理番号】 76479-P

【提出日】 平成15年 4月21日

【あて先】 特許庁長官 太田 信一郎 殿

【国際特許分類】 C03C 3/06

【発明者】

【住所又は居所】 福島県郡山市田村町金屋字川久保 8 8 番地
信越石英株式会社 石英技術研究所内

【氏名】 佐藤 龍弘

【特許出願人】

【識別番号】 000190138

【住所又は居所】 東京都新宿区西新宿 1 丁目 2 2 番 2 号

【氏名又は名称】 信越石英株式会社

【代表者】 松▲崎▼ 浩

【代理人】

【識別番号】 100080230

【住所又は居所】 東京都豊島区東池袋 3 丁目 7 番 8 号
若井ビル 3 0 2 号 石原国際特許事務所

【弁理士】

【氏名又は名称】 石原 詔二

【電話番号】 03-5951-0791

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 006921

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9703914

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 石英ガラス治具の製造方法及び石英ガラス治具

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 石英ガラス素材から火加工を含めた処理によって所望の形状に加工され、歪取りアニール処理を施した後、洗浄処理され製品化される石英ガラス治具の製造方法において、前記歪取りアニール処理後であり且つ前記洗浄処理前に、前記石英ガラス治具の表層に、気相エッチング工程と気相純化工程を実施するものであって、前記気相エッチング工程の後、連続して前記気相純化工程を実施することを特徴とする石英ガラス治具の製造方法。

【請求項 2】 石英ガラス素材から火加工を含めた処理によって所望の形状に加工され、歪取りアニール処理を施した後、洗浄処理され製品化される石英ガラス治具の製造方法において、前記歪取りアニール処理後であり且つ前記洗浄処理前に、前記石英ガラス治具の表層に、気相エッチング工程と気相純化工程を実施するものであって、前記気相エッチング工程及び前記気相純化工程を同時に実施することを特徴とする石英ガラス治具の製造方法。

【請求項 3】 石英ガラス素材から火加工を含めた処理によって所望の形状に加工され、歪取りアニール処理を施した後、洗浄処理され製品化される石英ガラス治具の製造方法において、前記歪取りアニール処理と同時に、前記石英ガラス治具の表層に、気相エッチング工程と気相純化工程を実施するものであって、前記気相エッチング工程の後、連続して前記気相純化工程を実施することを特徴とする石英ガラス治具の製造方法。

【請求項 4】 石英ガラス素材から火加工を含めた処理によって所望の形状に加工され、歪取りアニール処理を施した後、洗浄処理され製品化される石英ガラス治具の製造方法において、前記歪取りアニール処理と同時に、前記石英ガラス治具の表層に、気相エッチング工程と気相純化工程を実施するものであって、前記気相エッチング工程及び前記気相純化工程を同時に実施することを特徴とする石英ガラス治具の製造方法。

【請求項 5】 前記気相エッチング工程が、F を含むガス雰囲気中で 0℃～1300℃の温度範囲で、処理を行うことを特徴とする請求項 1～4 のいずれか

1 項記載の石英ガラス治具の製造方法。

【請求項 6】 前記 F を含むガスが、 $C_x F_y$ 、 $Cl_x F_y$ 、 $N_x F_y$ 、 $Si_x F_y$ 、 $S_x F_y$ （ここで $10 \geq x \geq 1$ で $10 \geq y \geq 1$ ）、 CHF_3 、 HF 及び F_2 からなる群から選択される少なくとも 1 種であることを特徴とする請求項 5 記載の石英ガラス治具の製造方法。

【請求項 7】 前記気相純化工程が、 Cl を含むガス雰囲気中で $800 \sim 1300^\circ C$ の温度範囲で、高温熱処理を行うことを特徴とする請求項 1～6 のいずれか 1 項記載の石英ガラス治具の製造方法。

【請求項 8】 前記 Cl を含むガスが、 HCl 及び／又は Cl_2 であることを特徴とする請求項 7 記載の石英ガラス治具の製造方法。

【請求項 9】 前記 F を含むガス雰囲気が更に H を含むガスを含むことを特徴とする請求項 5～8 のいずれか 1 項記載の石英ガラス治具の製造方法。

【請求項 10】 請求項 1～9 のいずれか 1 項記載の石英ガラス治具の製造方法によって製造される石英ガラス治具であって、前記石英ガラス素材が天然石英ガラスであり、表面から $100 \mu m$ の深さまでの、 Li 、 Na 、 Mg 、 K 、 Fe 、 Cr 、 Ni 、 Cu の濃度が各々 $50 ppb$ 未満であることを特徴とする天然石英ガラス治具。

【請求項 11】 請求項 1～9 のいずれか 1 項記載の石英ガラス治具の製造方法によって製造される石英ガラス治具であって、前記石英ガラス素材が合成石英ガラスであり、表面から $100 \mu m$ の深さまでの、 Li 、 Na 、 Mg 、 Al 、 K 、 Ca 、 Ti 、 Cr 、 Fe 、 Ni 、 Cu の濃度が各々 $50 ppb$ 未満であることを特徴とする合成石英ガラス治具。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、半導体工業用に使用される石英ガラス治具の製造方法、並びにその石英ガラス治具の製造方法によって製造される天然及び合成石英ガラス治具に関する。

【0002】

【関連技術】

半導体工業用に使用される石英ガラス治具は、天然石英ガラス素材から火加工などによって所望の形状に加工され、歪取りアニールなどを施して後、洗浄され、製品化される。

【0003】

このようにして製造される石英ガラス治具は、加工工程のなかの高温熱処理工程において、表面から深さ方向へ $100\mu\text{m}$ まで（表層）、金属不純物が拡散し、最終工程の表層洗浄処理では、除去不能な深さまで汚染される。これらの金属不純物は半導体製造工程で高温熱処理時に放出されシリコンウエーファに付着して欠陥などの原因となる。特に、半導体工業用途では問題とされるLi、Na、Mg、Al、K、Ca、Ti、Cr、Fe、Ni、Cuなどの金属不純物の放出は好ましくない。

【0004】

この対策として、石英ガラス治具製造工程の室内雰囲気をクリーン化したり、火加工用のバーナーを石英ガラスで作製したり、炉壁が特殊クリーン素材で作製されたアニール炉を使用するなどの試みがなされてきた。

【0005】**【発明が解決しようとする課題】**

上記の方法によって得られる石英ガラス治具は、確かに表層部分の汚染が減少し、半導体工業用に使用されてもシリコンウエーファの欠陥が少なく、効果が確認された。しかし、これらのそれぞれの対策を全て或いは個々に施す場合でも、そのコスト、手間は販売および製造上極めて負担の大きいものとなっている。

【0006】

本発明の目的は、半導体工業界で使用される石英ガラス治具に対して、低コストで簡便かつ確実に、表層クリーン度を向上させることができる石英ガラス治具の製造方法及び表層クリーン度の向上した石英ガラス治具を提供することにある。

【0007】**【課題を解決するための手段】**

上記課題を解決するために、本発明の石英ガラス治具の製造方法の第1の態様は、石英ガラス素材から火加工を含めた処理によって所望の形状に加工され、歪取りアニール処理を施した後、洗浄処理され製品化される石英ガラス治具の製造方法において、前記歪取りアニール処理後であり且つ前記洗浄処理前に、前記石英ガラス治具の表層に、気相エッチング工程と気相純化工程を実施するものであって、前記気相エッチング工程の後、連続して前記気相純化工程を実施することを特徴とする。

【0008】

本発明の石英ガラス治具の製造方法の第2の態様は、石英ガラス素材から火加工を含めた処理によって所望の形状に加工され、歪取りアニール処理を施した後、洗浄処理され製品化される石英ガラス治具の製造方法において、前記歪取りアニール処理後であり且つ前記洗浄処理前に、前記石英ガラス治具の表層に、気相エッチング工程と気相純化工程を実施するものであって、前記気相エッチング工程及び前記気相純化工程を同時に実施することを特徴とする。

【0009】

本発明の石英ガラス治具の製造方法の第3の態様は、石英ガラス素材から火加工を含めた処理によって所望の形状に加工され、歪取りアニール処理を施した後、洗浄処理され製品化される石英ガラス治具の製造方法において、前記歪取りアニール処理と同時に、前記石英ガラス治具の表層に、気相エッチング工程と気相純化工程を実施するものであって、前記気相エッチング工程の後、連続して前記気相純化工程を実施することを特徴とする。

【0010】

本発明の石英ガラス治具の製造方法の第4の態様は、石英ガラス素材から火加工を含めた処理によって所望の形状に加工され、歪取りアニール処理を施した後、洗浄処理され製品化される石英ガラス治具の製造方法において、前記歪取りアニール処理と同時に、前記石英ガラス治具の表層に、気相エッチング工程と気相純化工程を実施するものであって、前記気相エッチング工程及び前記気相純化工程を同時に実施することを特徴とする。

【0011】

上記気相エッチング工程では、エッチングガス、例えば、Fを含むガス雰囲気
で $0^{\circ}\text{C}\sim 1300^{\circ}\text{C}$ 、より好ましくは $200^{\circ}\text{C}\sim 1300^{\circ}\text{C}$ 、さらに好ましくは
 $800^{\circ}\text{C}\sim 1300^{\circ}\text{C}$ の温度範囲で、処理を行うことが好適である。上記気相エ
ッチング工程は、15分以上行うことが望ましい。

【0012】

上記Fを含むガスとしては、 C_xF_y 、 Cl_xF_y 、 N_xF_y 、 Si_xF_y 、 S_xF_y （ここでx及びyは各化学式においてそれぞれ、 $10\geq x\geq 1$ で $10\geq y\geq 1$ である。）、 CHF_3 、HF及び F_2 からなる群から選択される少なくとも
も1種が好適に用いられる。また、Fを含むガスは、 $0^{\circ}\text{C}\sim 1300^{\circ}\text{C}$ で気体で
あって、石英ガラスと反応するものであれば、上記に限定されるものではなく、
例えば、 BF_3 や PF_3 のように、金属元素との化合物でもよい。この気相エッ
チング処理の温度が、上記ガスの沸点温度より低いときは、上記ガス類は、液体
微粒子が飛散した状態の気体となって供給される場合もあるが、この場合も、同
様な効果を得ることができる。従って、本願明細書でいう気相エッチング工程に
用いられるエッチングガスとしては、気相、即ちガス状のエッチングガスが用い
られることは勿論であるが、その他に、上記したように液体微粒子が飛散した状
態のエッチングガスも包含されるものである。さらに、上記Fを含むガス雰囲気
が更にHを含むガスを含むことがより好ましい。例えば、 H_2 、 H_2O ガスを含
むことでもよい。

【0013】

上記気相純化工程では、Clを含むガス雰囲気では $800\sim 1300^{\circ}\text{C}$ の温度範
囲で、高温熱処理を行うことが好適である。上記気相純化工程は、15分以上実
施することが望ましい。上記Clを含むガスが、 HCl 及び／又は Cl_2 である
ことが好ましい。

【0014】

気相エッチング工程と気相純化工程を同時に実施する場合、上記Fを含むガス
と上記Clを含むガスを混合した雰囲気中で、 $800\sim 1300^{\circ}\text{C}$ の温度範囲で
30分以上高温熱処理を行うことが好適である。

【0015】

本発明の天然石英ガラス治具は、本発明の石英ガラス治具の製造方法によって製造される石英ガラス治具であって、上記石英ガラス素材が天然石英ガラスであり、表面から100 μ mの深さまで（表層）の、Li、Na、Mg、K、Fe、Cr、Ni、Cuの濃度が各々50ppb未満であることを特徴とする。

【0016】

本発明の合成石英ガラス治具は、本発明の石英ガラス治具の製造方法によって製造される石英ガラス治具であって、上記石英ガラス素材が合成石英ガラスであり、表面から100 μ mの深さまでの、Li、Na、Mg、Al、K、Ca、Ti、Cr、Fe、Ni、Cuの濃度が各々50ppb未満であることを特徴とする。

【0017】

【発明の実施の形態】

以下に本発明の実施の形態を添付図面に基づいて説明するが、これらの実施の形態は例示的に示されるもので、本発明の技術思想から逸脱しない限り種々の変形が可能であることはいうまでもない。

【0018】

以下に本発明の石英ガラス治具の製造方法について図1～図4を参照して説明する。図1は本発明方法の第1の態様の手順の大略を示すフローチャートである。図2は本発明方法の第2の態様の手順の大略を示すフローチャートである。図3は本発明方法の第3の態様の手順の大略を示すフローチャートである。図4は本発明方法の第4の態様の手順の大略を示すフローチャートである。

【0019】

図1に示すように、まず石英ガラス素材を用意し（ステップ100）、この石英ガラス素材を火加工で所望の形状に加工し、或いは、研削加工した後（ステップ102）、歪取りアニールを行い（ステップ104）、その後、クリーンな雰囲気中、即ち金属不純物を含まない雰囲気中で、エッチングガスを掛け流しながら、処理を行い（気相エッチング工程：ステップ106）、引き続き純化のためのガス（純化ガス）を掛け流しながら、高温熱処理を行った後（気相純化工程：ステップ108）、常温まで冷却し、洗浄処理を行い（ステップ110）、製品

化することにより表層クリーン度の向上した石英ガラス治具が得られる。

【0020】

上記ステップ100において、石英ガラス素材としては天然石英ガラス素材及び合成石英ガラス素材のいずれを用いても良い。合成石英ガラス素材を用いる場合、Li、Na、Mg、Al、K、Ca、Ti、Cr、Fe、Ni、Cu等の金属不純物の濃度が各々5ppb未満のものが好適に用いられる。

【0021】

上記ステップ102、ステップ104及びステップ110は、特に限定されず、それぞれ従来公知の方法を適宜選択すればよい。

【0022】

上記気相エッチング工程（ステップ106）は、0℃～1300℃の温度範囲で、15分以上実施することが好ましい。該工程は、石英ガラスの製造工程による汚染が最も高い最表層をエッチング除去するものである。エッチング深さは、数μm以上必要で、好ましくは、30μm程度まで行くとよい。

【0023】

上記エッチングガスとしては、Fを含むガスが最も一般的で、CF₄、C₂F₆、C₃F₈、C₄F₈、ClF₃、NF₃、SiF₄、CHF₃、SF₆、HF、F₂やこれらの混合ガス等が挙げられる。エッチングにおいては、H₂ガス、或いは、H₂OなどのHを含むガスを混合して行くとさらにエッチングが効果的である。

【0024】

上記気相純化工程（ステップ108）としては、800～1300℃の温度範囲のクリーンな雰囲気中に、15分以上、対象となる石英ガラス治具を置いて、高温熱処理を施すことが好ましい。温度としては600℃から効果が見られるが、低温域では長時間セットする必要があるので、800℃以上が好ましい。1300℃を超えると、複雑な設計の石英ガラス治具は変形を起こすことがあり、さらに1400℃以上では結晶化が急速に進むなどの問題が生じる。

【0025】

上記純化ガスとしては、Clを含むガスが一般的で、HCl、Cl₂やこれら

の混合ガス等などが挙げられる。さらに窒素、アルゴン、ヘリウムなどの不活性ガスや、減圧雰囲気でもクリーンな雰囲気であれば、効果的である。また、鉄の除去に特に効果的なガスとしてCOガスも使用できる。上記気相純化工程により、エッチング後の表面から少なくとも100 μ mが純化される。

【0026】

エッチングガスとしてCF₄を、純化ガスとしてHClを用いた場合を例に具体的に説明する。まず、石英ガラス素材を準備し、該石英ガラス素材を火加工で所望の形状に加工し、或いは、研削加工した後、歪取りアニールを大気炉中に1200℃において行い、その後、CF₄ガスを掛け流しながら、1200℃中に15分置いて、引き続きHClガスを掛け流しながら15分置いて後、常温まで冷却し、洗浄処理を行い、製品化する。

【0027】

上記方法において、CF₄ガスが石英ガラス治具の表層全体を5 μ mエッチング除去し、その後、HClガスは、石英ガラス治具の表層より拡散して100 μ mまで浸透し、遊離して、シリカネットワークに取りこまれた金属元素と反応して、塩化物を生成する。塩化物は、殆どのものが600℃以上で拡散係数の大きい気相分子化して、速やかに石英ガラス治具表面より外へ拡散除去される。塩化物にならない金属元素単体でも拡散係数の大きなものは、同様に拡散除去され、石英ガラス治具の表層をクリーン化することができる。

【0028】

また、図2に示した如く、上記エッチングガスと上記純化ガスを混合した雰囲気中で、高温熱処理を行うことにより、気相エッチング処理と気相純化処理を同時に行うことができる（ステップ107）。

【0029】

上記ステップ107は、800℃～1300℃の温度範囲で、30分以上加熱処理を施すことが好適である。混合ガスの配合割合は、全体のガス流量に対して、少なくとも、どちらのガスも、5体積%以上含まれることが好ましい。

【0030】

さらに、図3に示す如く、石英ガラス素材を用意し（ステップ100）、火加

工処理等により所望の形状に加工した後（ステップ102）、歪取りアニール処理を上記気相エッチング処理及び上記気相純化処理と兼ねて行うことにより（ステップ105）、石英ガラス治具の表層クリーン度を向上させることも可能である。該ステップ105は、図1のステップ106及びステップ108と同様、気相エッチング工程に続けて気相純化工程を実施するものである。

【0031】

また、図4に示した如く、石英ガラス素材を用意し（ステップ100）、火加工処理等により所望の形状に加工した後（ステップ102）、歪取りアニール処理、気相エッチング処理及び気相純化処理を同時に行うことにより（ステップ105a）、石英ガラス治具の表層クリーン度を向上させることも可能である。該ステップ105aは、図2のステップ107と同様、上記エッチングガスと上記純化ガスを混合した雰囲気中で、高温熱処理を行うものである。

【0032】

上記気相エッチング処理と気相純化処理を歪取りアニール処理と兼ねて行う方法（図3及び図4）は、クリーン化に加えて製造工程の短縮にもつながり非常に効率的である。

【0033】

上記ステップ105及びステップ105aは、800℃～1300℃の範囲で、少なくとも30分間行うことが好ましいが、より好ましくは1000℃～1300℃の範囲で行えば良く、更に好ましくは1200℃～1300℃で行うことができ、通常のアニール温度である1200℃で行うのが最も好ましい。

【0034】

上記本発明の石英ガラス治具の製造方法の第1の態様～第4の態様により、石英ガラス治具の製造工程中の表層汚染の殆どを除去し、半導体工業界で要求される高純度に、深さ方向100 μ mまでをクリーン化することができる。

【0035】

このとき、天然石英ガラス治具の場合、表面から100 μ mの深さまでの、Na、K、Li、Mg、Cr、Fe、Ni、Cuの各元素に対する濃度が低いこと、即ち、各々の濃度が50ppb未満であると、半導体工業用石英治具として効

果が明確に確認された。即ち、半導体工業用に高温下で使用されても、表層からの金属不純物の放出が無く、シリコンウエーファへ影響を及ぼさないことがわかった。

【0036】

また、合成石英ガラス治具の場合、Li、Na、Mg、Al、K、Ca、Ti、Cr、Fe、Ni、Cuが50ppb未満である時、半導体工業用石英治具として効果が強く確認された。この場合、もともとのガラス素材の純度が上記全ての元素で5ppb未満である。

【0037】

【実施例】

以下、本発明の実施例を具体的に説明するが、これらの実施例は例示的に示されるもので限定的に解釈されるべきでないことはいうまでもない。

【0038】

(実施例1)

天然結晶石英ガラス粉より作製された石英ガラス素材より、20mm×20mm×1300mmの角棒をカッターによって切り出し、長軸方向に垂直な幅2mm深さ5mmの溝を10mm間隔に130個削り彫りした。さらに、酸水素火炎を用いた金属バーナーによって前記溝部をファイアポリッシュし、滑らかな面状態とした。

【0039】

表1に示した如く、上記石英ガラス棒の溝部を滑らかな面状態とした後、大気炉に1200℃で30分間置いて、1日掛けて室温まで冷却後、取り出した。取り出した石英棒をさらに、 $\phi 300\text{mm} \times 2000\text{mm}$ の石英管の中に設置し、 CF_4 ガスを1L/分掛け流し、15分、1200℃に保持し、その後、続けて、 HCl ガスを1L/分掛け流し、15分、1200℃に保持し、室温まで1日掛けて冷却し、置換して、取り出した。

【0040】

【表 1】

| | ガラス素材 | 高温熱処理 | 処理温度 (°C) |
|-------|-------|--|--------------|
| 実施例 1 | 天然 | 歪取りアニール→ $\text{CF}_4 \rightarrow \text{HCl}$ | 1200 |
| 実施例 2 | 合成 | 歪取りアニールと兼ね ($\text{CF}_4 \rightarrow \text{HCl}$) | 1200 |
| 実施例 3 | 合成 | 歪取りアニールと兼ね ($\text{CF}_4 + \text{HCl}$) | 1200 |
| 実施例 4 | 合成 | 歪取りアニールと兼ね { ($\text{CF}_4 + \text{H}_2$) \rightarrow HCl } | 1200 |
| 比較例 1 | 合成 | 歪取りアニール | 1200 |
| 比較例 2 | 合成 | 歪取りアニール→ HCl | 1200 |

【0041】

取り出した石英ガラス棒の100mmを割取りし、表面から100 μm までの表層をHF溶液に溶解させ化学分析を行った。さらに、表層を取り除いた石英ガラス棒自体の化学分析も行った。化学分析の手法は、フレイム原子吸光法とプラズマ原子発光法で行った。結果を表2に示す。それぞれの元素で素材の天然石英ガラス材と同等の純度になった。

【0042】

【表 2】

| | 分析深さ (μm) | Na | K | Li | Mg | Al | Ca | Ti | Cr | Fe | Ni | Cu |
|-------|---------------------------|-------|-----|-----|----|-------|-----|-----|----|----|----|----|
| | | (ppb) | | | | | | | | | | |
| 実施例 1 | 0~100 | 7 | 30 | 10 | 30 | 14000 | 400 | 700 | 10 | 15 | 10 | <5 |
| | 100~ | 30 | 110 | 50 | 40 | 14000 | 500 | 800 | 40 | 80 | 30 | <5 |
| 実施例 2 | 0~100 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 |
| | 100~ | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 |
| 実施例 3 | 0~100 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 |
| | 100~ | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 |
| 実施例 4 | 0~100 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 |
| | 100~ | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 |
| 比較例 1 | 0~100 | 100 | 150 | 130 | 65 | 100 | 145 | 65 | 85 | 90 | 63 | 55 |
| | 100~ | 10 | 5 | 15 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | 5 |
| 比較例 2 | 0~100 | <5 | <5 | <5 | 65 | 100 | 110 | 55 | 5 | 5 | 5 | <5 |
| | 100~ | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 |
| 原材料 | 天然 | 30 | 110 | 50 | 40 | 14000 | 500 | 800 | 40 | 80 | 30 | <5 |
| | 合成 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 | <5 |

【0043】

表2において示した元素濃度の単位は p p b である。

【0044】

(実施例2)

スートにより作製された合成石英ガラス素材より、20mm×20mm×1300mmの角棒をカッターによって切り出し、長軸方向に垂直な幅2mm深さ5mmの溝を10mm間隔に130個削り彫りした。さらに、酸水素火炎を用いた金属バーナーによって前記溝部をファイアポリッシュし、滑らかな面状態とした。

【0045】

表1に示した如く、上記石英ガラス棒の溝部を滑らかな面状態とした後、 $\phi 300\text{mm} \times 2000\text{mm}$ の石英管の中に設置し、 CF_4 ガスを1L/分掛け流し、15分、1200℃に保持し、その後、続けて、 HCl ガスを1L/分掛け流し、15分、1200℃に保持し、室温まで1日掛けて冷却し、置換して、取り出した。

【0046】

取り出した石英棒の100mmを割取りし、表面から100 μm までの表層及び表層を取り除いた石英ガラス棒自体をそれぞれHF溶液に溶解させ、実施例1と同様に化学分析を行った。結果を表2に示す。それぞれの元素で素材の合成石英ガラス材と同等の純度になった。

【0047】

(実施例3)

表1に示した如く、実施例2と同様の処理を施し石英ガラス棒の溝部を滑らかな面状態とした後、 $\phi 300\text{mm} \times 2000\text{mm}$ の石英管の中に設置し、 CF_4 ガスと HCl ガスを各々1L/分掛け流し、30分、1200℃に保持し、室温まで1日掛けて冷却し、置換して、取り出した。表2に示した如く、結果も実施例2と同様であった。

【0048】

(実施例4)

表1に示した如く、実施例2と同様の処理を施し石英ガラス棒の溝部を滑らか

な面状態とした後、 $\phi 300\text{ mm} \times 2000\text{ mm}$ の石英管の中に設置し、 CF_4 ガスと H_2 ガスを1 L/分掛け流し、15分、1200℃に保持し、その後、続けて、 HCl ガスを1 L/分掛け流し、15分、1200℃に保持し、室温まで1日掛けて冷却し、置換して、取り出した。表2に示した如く、結果も実施例2と同様であった。

【0049】

(比較例1)

スートにより作製された合成石英ガラス素材を用いて、実施例2と同様の手順により、切り出した石英ガラス棒の溝部を滑らかな面状態とした後、大気炉に1200℃で30分間置いて、1日掛けて室温まで冷却後、取り出した。

【0050】

取り出した石英棒の100 mmを割取りし、表面から100 μm までの表層及び表層を取り除いた石英ガラス棒自体をそれぞれ HF 溶液に溶解させ、実施例1と同様に化学分析を行った。結果を表2に示す。表2に示した如く、表層においていずれの元素濃度も、原材料よりも高かった。

【0051】

(比較例2)

スートにより作製された合成石英ガラス素材を用いて、実施例2と同様の手順により、切り出した石英ガラス棒の溝部を滑らかな面状態とした後、大気炉に1200℃で30分間置いて、1日掛けて室温まで冷却後、取り出した。その後、 $\phi 300\text{ mm} \times 2000\text{ mm}$ の石英管の中に設置し、 HCl ガスを1 L/分掛け流し、15分、1200℃に保持し、室温まで1日掛けて冷却し、置換して、取り出した。

【0052】

取り出した石英棒の100 mmを割取りし、表面から100 μm までの表層及び表層を取り除いた石英ガラス棒自体をそれぞれ HF 溶液に溶解させ、実施例1と同様に化学分析を行った。結果を表2に示す。表2に示した如く、表層においていずれの元素濃度も、比較例1よりは低いが、原材料よりも高かった。

【0053】

【発明の効果】

上記した如く、本発明の石英ガラス治具の製造方法によれば、半導体工業界で使用される石英ガラス治具に対して、低コストで簡便かつ確実に、工程中の表層汚染の殆どを除去し、表層クリーン度を向上させることができる。本発明の石英ガラス治具は、本発明の石英ガラス治具の製造方法により容易に得られる表層クリーン度の向上した石英ガラス治具である。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明の石英ガラス治具の製造方法の第 1 の態様の手順の大略を示すフローチャートである。

【図 2】 本発明の石英ガラス治具の製造方法の第 2 の態様の手順の大略を示すフローチャートである。

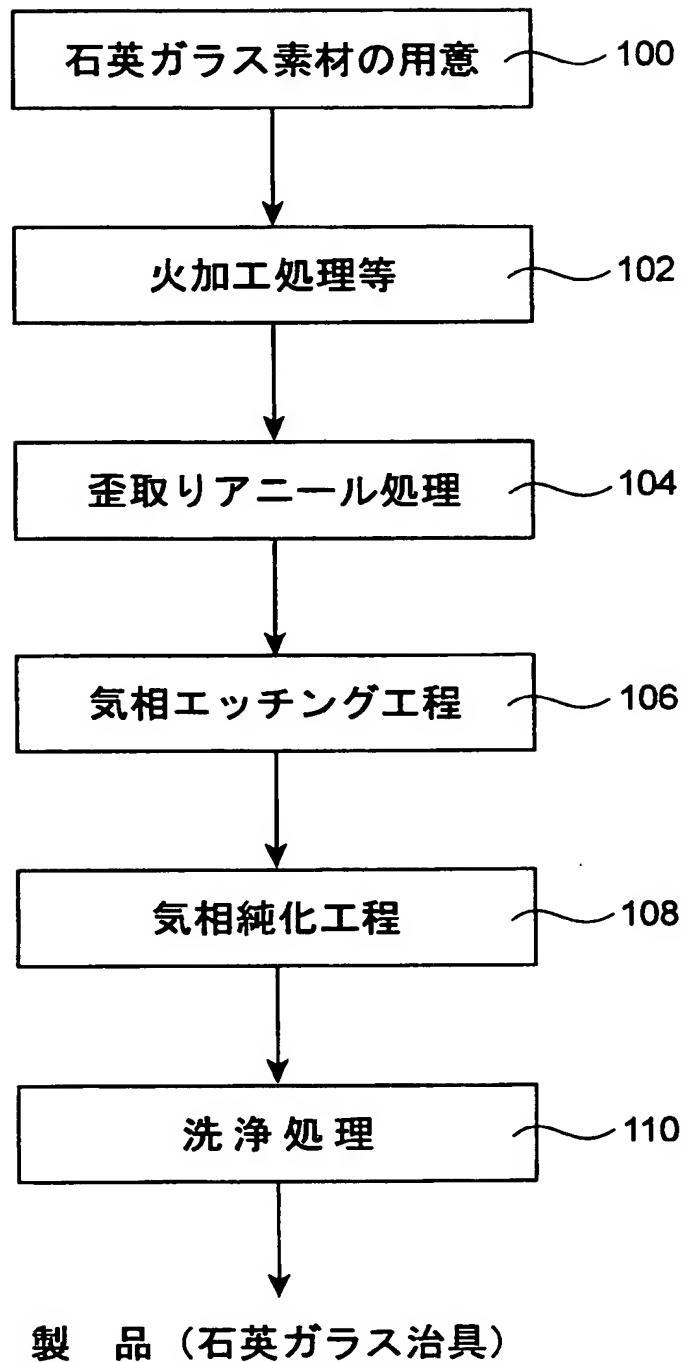
【図 3】 本発明の石英ガラス治具の製造方法の第 3 の態様の手順の大略を示すフローチャートである。

【図 4】 本発明の石英ガラス治具の製造方法の第 4 の態様の手順の大略を示すフローチャートである。

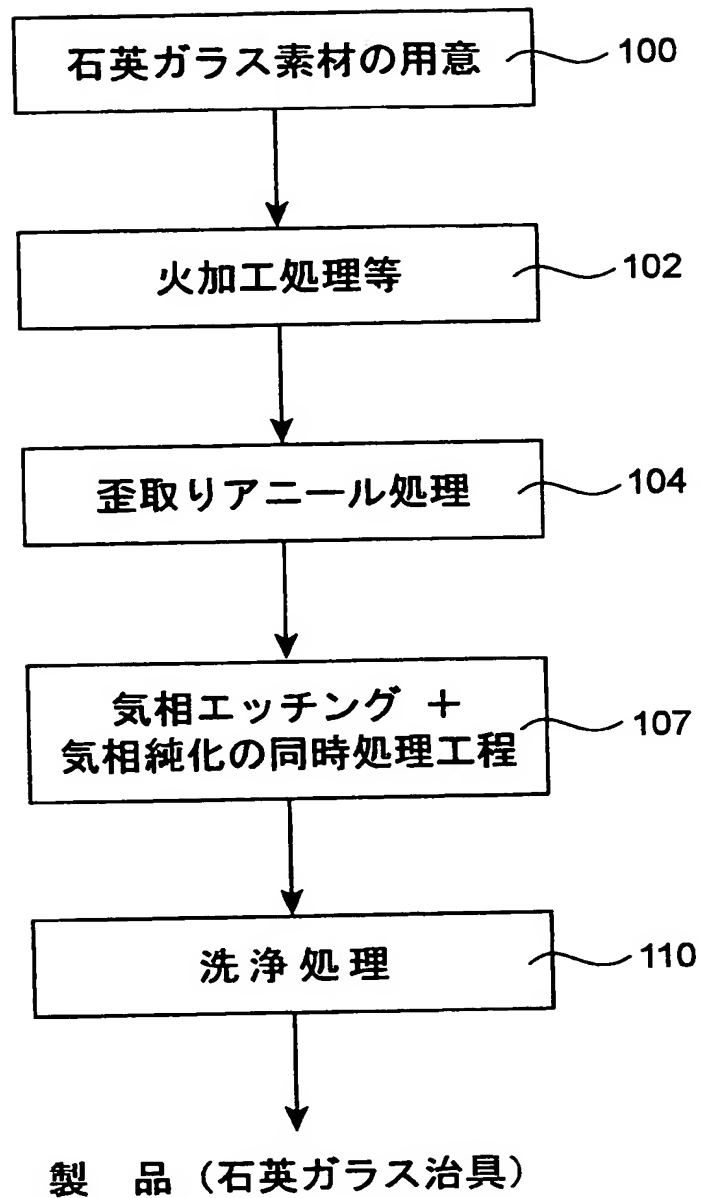
【書類名】

図面

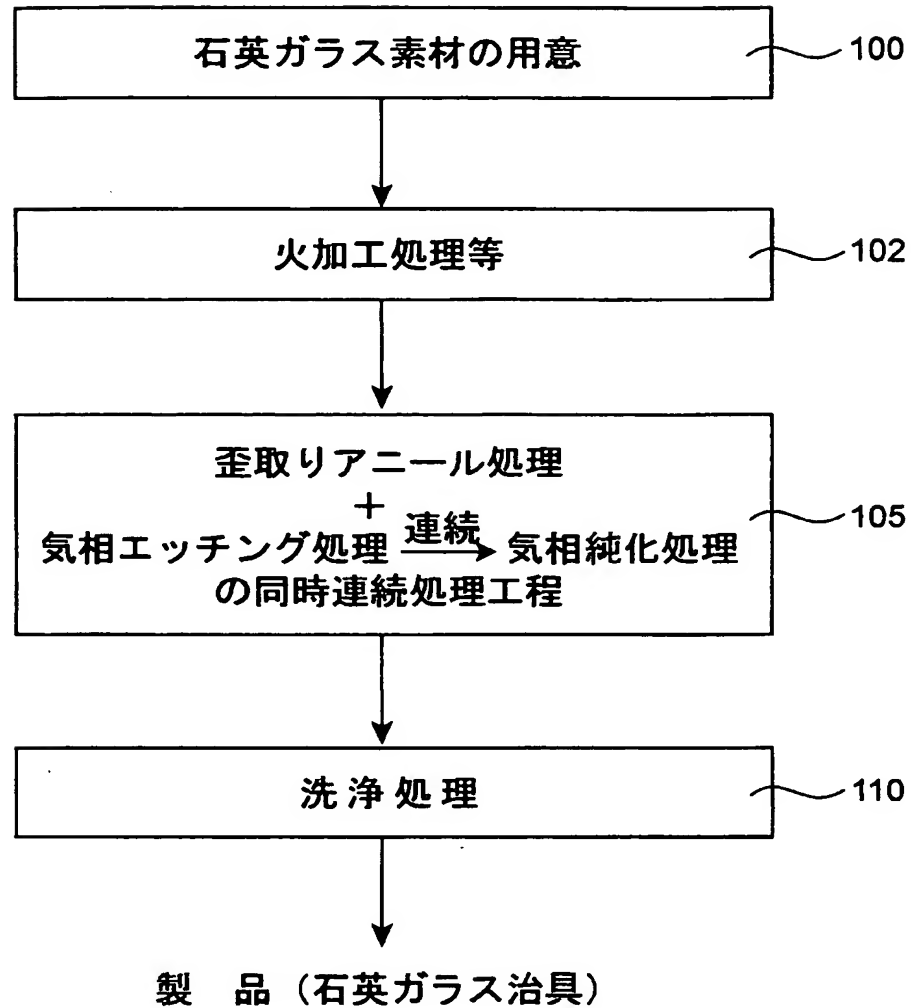
【図 1】



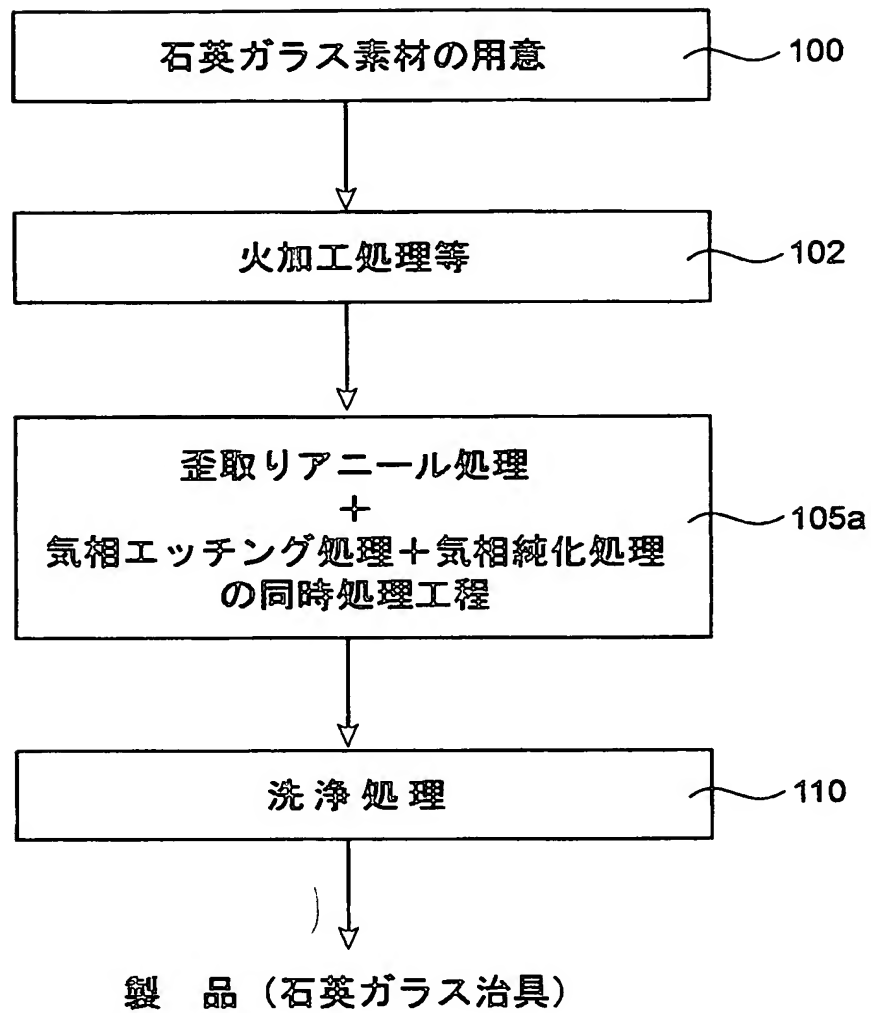
【図 2】



【図3】



【図 4】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

半導体工業界で使用される石英ガラス治具に対して、低コストで簡便かつ確実に、表層クリーン度を向上させることができる石英ガラス治具の製造方法及び表層クリーン度の向上した石英ガラス治具を提供する。

【解決手段】

石英ガラス素材から火加工を含めた処理によって所望の形状に加工され、歪取りアニール処理を施した後、洗浄処理され製品化される石英ガラス治具の製造方法において、前記歪取りアニール処理後であり且つ前記洗浄処理前に、前記石英ガラス治具の表層に、気相エッチング工程と気相純化工程を実施するものであって、前記気相エッチング工程の後、連続して前記気相純化工程を実施するようにした。

【選択図】 図 1

特願 2 0 0 3 - 1 1 5 8 2 5

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 1 9 0 1 3 8]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 8 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都新宿区西新宿 1 丁目 2 2 番 2 号

氏 名

信越石英株式会社